

PCS-i220/i520 柱后衍生仪

使用说明书



声 明

版权声明

感谢您购买欧世盛（北京）科技有限公司生产的产品，在您获得我们优秀产品的同时，您也将获得我们提供的全面周到的售后服务。为了您在使用我们的产品时有愉快的经历，建议您仔细阅读以下内容：

- 使用之前请仔细阅读本使用手册；
- 在读懂所有操作程序以前不要进行任何实际操作；
- 注意本说明书中特别强调的地方，特别是有关安全方面的说明；
- 如在使用时有任何的疑问，您可以拨打我们的服务热线：010-82439598
- 如果您想了解最新的信息，请登陆我们的网站：www.osskj.com。

本说明书仅适用于欧世盛（北京）科技有限公司生产的PCS-i220/i520系列柱后衍生仪。本文档中的信息如有更改，恕不另行通知。欧世盛（北京）科技有限公司保留最终解释权。未经出版商的书面允许，不得以任何形式转载本文档或其中的任何部分。

Copyright © 2012Tianjin Automatic Science Instrument CO.,LTD.

2013 欧世盛（北京）科技有限公司版权所有。

All rights reserved.

2017 年 5 月第 1 版

2017 年 8 月第 2 次印刷

前 言

PCS-i220/i520系列柱后衍生仪使用说明书对衍生仪安装、使用及故障排除进行了介绍。

本文档的使用对象为需要对衍生仪安装、操作及维护的工作人员。在使用衍生仪前请仔细阅读本文档，并妥善保存，以便对您今后的工作提供帮助。

请勿在未完全了解本说明书的内容前使用本设备。

如果仪器被转借或出售，请将本文档提供给下一位用户。

如果本文档或仪器上的警告标签丢失或损坏，请及时向天赛恩斯仪器有限公司提出更换。

文档约定

本说明书可能会用到以下约定：

警告标识

本说明书可能会使用到以下警告标识



危险图标。它表示某些程序或者操作，可能会导致损伤，甚至生命危险，应该引起强烈注意。除非对所示条件已经充分地认识了解，否则，看到这样的图标，请千万不要继续。



危险图标，它表示某些程序或者操作会对仪器某部位或者整体造成严重损伤、破坏甚至毁掉。如果条件不合适，请不要继续此操作。



危险图标。它表示某些程序或者操作可能会对仪器某部位或者整体造成严重损伤或者破坏，如果不是对情况有充分把握，请停止所进行的程序。



该图标表示会给出相关信息，能够为您提供一些帮助。



该图标会提示一些附加信息。在仪器使用过程中，能够为您提供宝贵建议。

目录

文档约定.....	3
1 概述.....	9
1.1 选择柱后衍生的原因	9
1.2 柱后衍生法的原理	10
柱后衍生仪介绍.....	11
1.3 设备特点	12
1.4 衍生仪外观	13
2 衍生仪安装.....	15
2.1 场地要求	15
2.2 拆除包装	16

2.3	柱后衍生仪安装	17
2.3.1	连接电源连线.....	17
2.3.2	连接管路.....	17
2.4	实验前准备	18
2.4.1	管路中气泡的排除.....	18
2.4.2	管路内原溶剂的排除.....	19
2.4.3	溶剂系统更替.....	19
3	仪器快速操作.....	20
4	软件操作.....	29
4.1	准备工作	29
4.2	应用中心	31
4.3	方法中心	34
4.4	服务中心	38

4.5	系统中心	42
5	柱后衍生仪测试及故障排除	46
5.1	故障诊断与排除	47
附录 I.	规格指标	48
5.2	物理规格	48
5.3	环境规格	49
5.4	电气规格	49
5.5	性能指标	- 51 -
5.6	功能指标	- 51 -
附录 II.	单位换算	- 53 -
附录 III.	典型应用	- 56 -

1 概述

1.1 选择柱后衍生的原因

柱后衍生，也称作柱后衍生反应，是将某种不特性的化合物转化为另一种具有一定特性化合物(衍生物)的反应过程。

高效液相色谱分析过程中，采用柱后衍生器正是利用这一技术是将分离后的物质通过化学反应以获得一种方便探测的物理性质来实现的。例如，通过某种化学反应，可以将原有的物质可转化为另一种具有紫外或荧光性质的产物，最典型的实例是氨基酸的分析，相当部分的氨基酸没有紫外或荧光特性，但是通过柱后衍生反应，可以获得具有有紫外或荧光性质的产物，这样就可以非常方便地进行分析检测，而且其检测灵敏度甚至可以提高几个数量级。

所以，柱后衍生法经常用于提高高效液相色谱分析的灵敏度和选择性。

1.2 柱后衍生法的原理

色谱衍生化是指使用色谱分离原理检测化学物质，当被检测目标成分的理化性质（如沸点、极性、吸光性）不便分离、检测时，采用衍生化技术，改变其理化性状，达到可以使用色谱仪检测的目的。高效液相色谱的衍生化是指在一定条件下利用某种试剂（通称化学衍生试剂或标记试剂）与样品组份进行化学反应，反应的产物有利于色谱检测或分离。HPLC 中包括离线的柱前衍生法（简称柱前衍生法）与在线的柱后衍生法（简称柱后衍生法）。

柱后衍生仪介绍

PCS-i220/i520 系列柱后衍生仪适用于各厂家液相色谱仪，具有独立的控制平台，多种配置满足不同用户需求。

柱后衍生仪包括双衍生池（不同规格池体积），可根据用户需要并联或串联使用、无脉动输液泵 PCS-i220/i520 系列柱后衍生仪分为四个型号，可根据用户需要，选择满足您要求的柱后衍生仪。

型号	规格
PCS-i220S	单衍生反应池，单无脉动输液泵
PCS-i220	独立控温双衍生反应池，双无脉动输液泵
PCS-i520S	单衍生反应池，单无脉动输液泵
PCS-i520	独立控温双衍生反应池，双无脉动输液泵

1.3 设备特点

- 可以与任何一台 HPLC 色谱仪配合使用
- 全惰性流路，延长系统使用寿命、降低维护频次
- 无脉动输液泵，系统检测灵敏度更高
- 可独立控温双衍生池，满足不同应用需要
- 内置试剂选择阀，可自动选择不同衍生试剂或清洗液（i220 选配）
- 内置在线脱气装置，高效去除衍生溶剂中溶解气体，提高检测灵敏度（i220 选配）
- 过热保护装置防止温度达到 150°C 时对衍生池造成的损坏
- 软件内置仪器培训、维护操作视频，便于用户学习及了解仪器操作
- 系统具有漏液、超压、超温报警，确保系统运行安全
- 红宝石单向阀防止 HPLC 压力下降时衍生试剂回流到色谱柱

- 提供仪器远程维护、诊断功能
- 内置仪器体检师功能，可定期为仪器做体检，给出仪器健康指数，确保仪器工作在最佳状态

1.4 衍生仪外观



设备工作时，衍生反应池会温度较高，切勿用手直接接触。

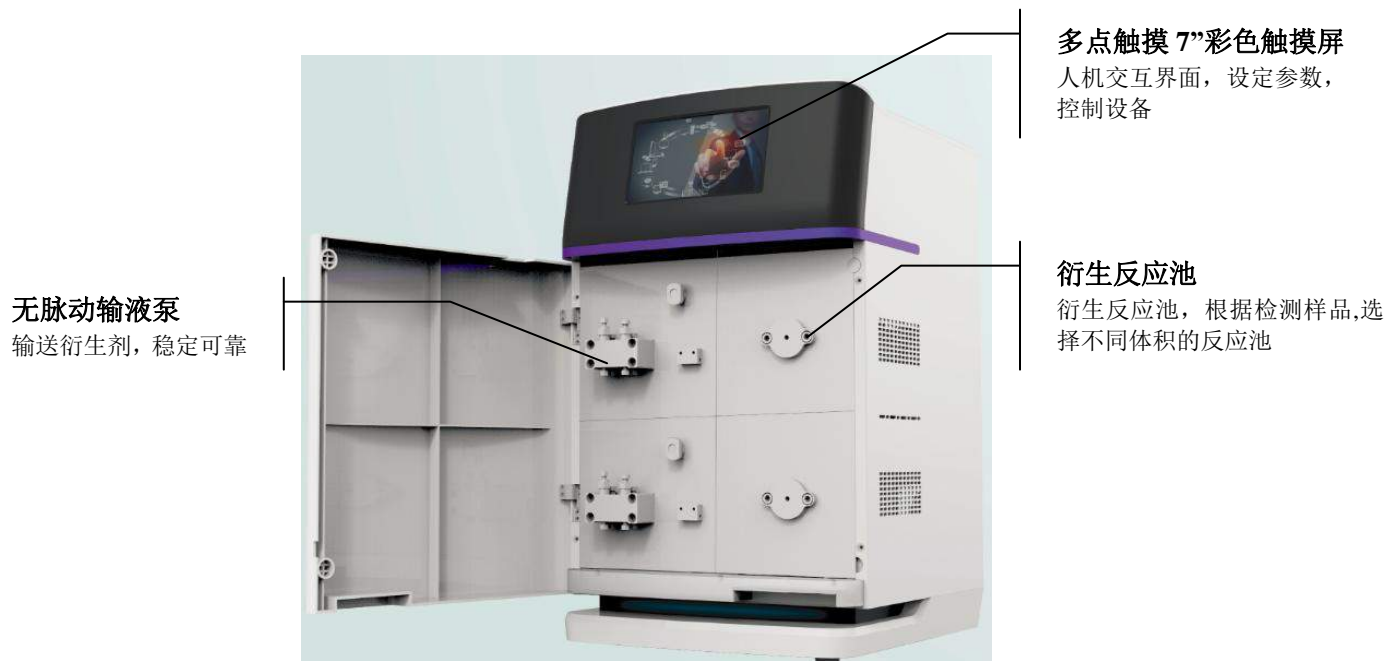


图 1-1 衍生外观图

2 衍生仪安装

2.1 场地要求

为确保安全和实现柱后衍生仪的最佳性能，适合的安装地点和工作环境至关重要。安装地点和工作环境必须满足如下要求，否则将会造成事故：

- 通风良好



液相色谱系统使用的溶剂通常是易燃、有毒的物质。因此，安装仪器的房间必须通风良好。

- 仪器附近没有火源



液相色谱使用的溶剂通常是易燃的物质。因此，严禁在安装设备的附近使用明火。而且，请勿在同一

房间内安装其他任何能发射或可能发射出火花的设备。

2.2 拆除包装

柱后衍生仪运输时被装在一个纸箱中。请保留该纸箱，以备再次运输或装运该装置时使用。

请按照下列步骤拆除柱后衍生仪的包装：

- ① 打开外包装箱，取出内部纸箱。
- ② 小心打开内部包装箱，对照装箱单检查纸箱中的物品，确认未缺少任何物件。
- ③ 将衍生仪从包装箱中取出，并将其放到所选的安装场地上。
- ④ 检查所有物件是否有损坏情况。



包装损坏

当您收到柱后衍生仪时，请检查包装是否有损坏痕迹。如果发现包装箱和减震材料损坏，请保存损坏包装直至衍生仪验收完成。如果运输包装或减震材料被损坏，请通报承运人，并保存运输材料以便检查。

2.3 柱后衍生仪安装

2.3.1 连接电源连线



在确定其它连线未连接完成之前，请不要打开衍生仪电源开关，否则，有可能会损坏设备。

2.3.2 连接管路

正确连接管路



管路与接头要一一对应，由于衍生仪放在柱后，希望死体积尽量减小，因此在安装过程中需要注意。

2.4 实验前准备

2.4.1 管路中气泡的排除

仪器设备安装后，由于管路中存在大量空气，影响仪器正常运行，会导致检测噪声增大，影响到检测结果，因此衍生仪在正常使用与实验前，需要进行气泡的排除。

流动相：正常使用的衍生试剂

流量：1mL/min

运行时间：≥5 分钟

注意：其余参数不用修改

2.4.2 管路内原溶剂的排除

将 A 管路放入 A 泵所需的衍生试剂中，运行 A 泵，使得总流量大于 10mL。

将 B 管路放入 B 泵所需的衍生试剂中，运行 B 泵，使得总流量大于 10mL。



如衍生方法只需要单泵，则参照以上方法，单独排除单泵的原溶剂即可。

2.4.3 溶剂系统更替

A 管放入即将运行的衍生试剂中，运行 A 泵，使得泵运行流量大于 15mL。

B 管放入即将运行的衍生试剂中，运行 B 泵，使得泵运行流量大于 15mL。

3 仪器快速操作

仪器正确连接管路，并完成 2.4 实验前准备工作后，可开始操作仪器。

根据用户衍生方法不同，设定不同的衍生方法。

1. 连接好电源线后，打开衍生仪电源开关，仪器自动进入仪器初始化，待初始化完成后显示内容，如图 3-1 所示。



图 3-1 主界面



泵在运行前需要排空泵内气泡，确保输液泵能够正常工作，

2. 在主界面下，按【系统中心】键，进入系统中心界面，在此界面下，按屏幕右侧【调试功能】键，进入如图 3-2 所示界面，此时打开放空阀，将泵 A 流量设置为 2mL/min，同时用仪器标配注射器在放空阀出液口处吸液，知道能够正常吸出衍生试剂后，停止泵 A 运行，按此方法，将泵 B 内气泡排空。排空气泡后，关闭泵。等待用户调用相应衍生方法。



此时由于衍生池内未装有衍生液，因此在此状态下，不建议将衍生池温度设置大于 50℃，避免衍生池早期老化。待衍生试剂填满衍生池后，可将衍生温度设置为所需要的衍生温度或接近所需要的衍生温度值。



图 3-2 调试功能

3. 在主界面下，按【方法中心】键，进入方法中心界面，可选择系统已预存方法或用户自行新建方法，如选择系

统预存方法，则弹出如图 3-3 方法选择界面，在此界面下，按【运行】键，进入图 3-5 应用中心界面，显示泵设置流速、衍生池温度值等相关信息，衍生仪开始开始正常工作；当用户需要新建方法时，在图 3-3 界面下，按【修改】键，进入图 3-4 新建方法界面，在此界面下，根据衍生方法，设置衍生泵流速及衍生池温度，设置完成后，按【保存】键，保存方法，用于下次使用时直接调入。



衍生泵流速不宜过大，否则存在衍生池压力过高，损坏衍生池，造成不可逆问题，一般衍生泵流速设置不超过 1mL/min，如设置超过 1mL/min 时，需要手动打开仪器前面板放空阀旋钮，避免衍生池压力过高，造成衍生池损坏。



衍生池问题根据国标方法设置，或以此为基地 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 左右的调整，不宜设置过高温度，否则将会损坏衍生池，造成不可逆问题。



图 3-3 方法选择界面



图 3-4 新建方法界面



图 3-5 应用中心界面

4. 在应用中心界面下，按【启动】或【停止】键，启动衍生仪或停止衍生仪工作。



由于温度具有滞后性，为了检测结果准确，需要衍生池温度达到预设温度后，再进入正常工作状态。



待衍生方法执行完后，关机之前需要对衍生泵及衍生池进行清洗，将衍生试剂换为 10% 甲醇水溶液，泵流速设置为 1mL/min，冲洗 10 分钟，将溶液更换为 100% 甲醇溶液，冲洗 10 分钟后，关机。

详细软件操作，参见“**4 软件操作**”说明。

4 软件操作

仪器连接好后，打开仪器电源。系统经过进入自检，仪器初始化后，进入衍生仪开机主界面，如图 4-1 所示。

4.1 准备工作

接通电源，开机。


系统初始化：设备自检，检测输液泵及衍生池控制器。检测成功显示【OK】，未连接则显示【ERROR】。



整个初始化过程是自动完成的，无需用户手动干预，如衍生仪初始化失败，系统会提示初始化错误，如图 3-2 所示。遇到初始化失败问题，请参见“5 柱后衍生仪测试及故障排除”说明排除问题或及时与厂家联系。



图 4-1 主界面

1. 主界面下，按  键，关机按钮，软件提示是否关机，按【是】键，系统关闭。
2. 【应用中心】：显示衍生仪工作状态，调用衍生方法，控制衍生仪运行停止。
3. 【方法中心】：内置衍生方法，用户可根据衍生方法，自建衍生方法。
4. 【服务中心】：提供服务信息，培训信息，相关标准及操作规程。
5. 【系统中心】：设置衍生仪参数，控制衍生输液泵流速及衍生池温度。

4.2 应用中心

应用中心，主要显示衍生仪工作状态，调用衍生方法，启动/停止衍生仪工作。

在主界面下按【应用中心】键，进入应用中心界面，如图 4-2 所示，在此界面下，用户可清楚看到泵流量，实

时泵压力值，衍生池温度值等相关状态信息。

用户可点击屏幕右上角【选择衍生方法】，键入方法中心界面，可选择所需调用方法或根据衍生方法不同，修改新建新的衍生方法。参见“**4.3 方法中心**”说明。



图 4-2 应用中心界面

4.3 方法中心

内置衍生方法，用户也可根据衍生方法，自建衍生方法。

1. 在主界面下，按【方法中心】键，进入方法中心界面，选择预存在系统内的方法，弹出对话框，用户根据需要，选择修改、运行或删除本方法，如图 4-3 所示，按运行方法，则界面自动跳转到应用中心界面，衍生仪开始进入工作状态，用户也可根据需要选择修改或删除本方法。
2. 在此界面下，用户也可根据需要新建衍生方法，点击界面右上角【新建方法】键，进入新建方法编辑界面。如图 4-4 所示。在此界面下，为了便于记忆，用户可输入方法名称，选择所需输液泵，设置泵流量，设置衍生池最佳温度值。方法设置完成后，按【保存】键，保存所新建的衍生方法。



首次设置衍生方法，可依据国标要求，设置输液泵流量及衍生池温度，但由于各厂家衍生仪设计略有差别，可根据检测结果，在国标基础上将泵流量及衍生温度做微调整，以得到更好的衍生效果。



图 4-3 方法中心界面







1. 系统自带软键盘，可输入中英文，按软键盘左下角键，可切换中文输入或英文输入。
2. 输入完成后，按键，确认输入并关闭软键盘。中文输入时，可通过、键上下翻页，选择所需要的文字。
3. 其它操作与计算机软件键相同。



图 4-4 新建方法编辑界面

4.4 服务中心

提供服务信息，培训信息，相关标准及操作规程。


1. 在主界面下按【服务中心】键，进入服务中心界面。在服务中心中，提供了厂家的服务信息，相关国家标准及培训视频。用户可方便在服务中心得到所需的服务。国家标准集成了目前已有的正在执行的国家标准，供用户参考，如图 4-6 国家标准选择界面，在此界面下，选择需的国家标准，可随时查看相关国家标准，参见图 4-7 国家标准显示界面，在此界面下，可按  键，放大文档，便于查看。



图 4-5 服务中心服务信息界面



图 4-6 国家标准选择界面



图 4-7 国家标准显示界面

4.5 系统中心

1. 系统中心内设两个功能，【参数设置】主要设置衍生仪基本参数。【调试功能】设置衍生仪泵及衍生池温度值等参数，可用于仪器使用前平衡仪器状态作用。

【参数设置】

- 1) 动画速度，指软件反应速度，一般默认为快速即可。
- 2) 显示提示，针对新用户，软件内部预制很多提示功能，在参数设置错误时，系统会给出合理性提示。
- 3) 无密码登录，为了确保系统工作安全性，用户也可根据需要，也可关闭无密码登录。
- 4) 修改密码，是登录密码，当启动密码登录时，此密码有效。
- 5) 无线网络，显示目前已连的无线网名称。
- 6) 压力单位，根据用户使用习惯选择 MPa、psi、bar 三种单位。



图 4-8 系统中心参数设置界面

2. 【功能调试】，设置泵流量计衍生池温度，同时在对话框后，显示泵运行压力值及衍生池实时温度值。为了使

用方便，用户也可在此功能下，将泵及衍生池调整到最佳工作状态，具体操作参见“3 仪器快速操作”说明。



图 4-9 系统中心调试功能界面



如您想升级为更高配置的衍生仪，请及时与欧世盛联系，我们将为您提供周到的升级服务。

5 柱后衍生仪测试及故障排除

咨询欧世盛

如果对柱后衍生仪执行维护或故障排除时遇到任何问题，请与欧世盛联系。我们会尽量提供您所需的任何帮助。

用户在进行衍生仪的检查和维护时，请务必牢记以下注意事项：



为避免损坏电气设备，请不要在衍生仪接通电源时断开电气装置。



进行静电保护以避免损坏内部电路。切勿触摸未明确要求手动调整的集成电路芯片或其它部件。



为防止电击，请不要打开电源防护罩。电源中没有需要用户维护的零件。

5.1 故障诊断与排除

现象	方法	判断	排除方法
柱后衍生仪开机	开机无反应	电源保险是否断	更换电源保险 250V 2.5A F
		电源连线松动	重新插紧电源插头
		用万用表测试电源输出是否为 24V	无输出, 更换电源
		设备内部电源连线松动	打开设备外壳, 重新插紧内部电源连线
高压输泵无法正常工作	漏液	流速设置 1mL/min 用吸滤纸检查接头是否漏液	重新插紧插头
		泵无法正常进液	单向阀污染
	泵无法控制	软件设置错误	重新设置软件
		控制连线松动	重新插紧内部通信连线
衍生池无法加热	衍生池无法加热	控制线松动	重新插紧插头
		加热板损坏	更换加热板
		温控器损坏	更换温控器

附录I. 规格指标

本附录包含以下几方面的规格：

1. 物理规格
2. 环境规格
3. 电气规格
4. 性能指标

5.2 物理规格

表 I-1 物理规格

项目	规格
----	----

高	584mm
深	382mm
宽	344mm
重量	45kg

5.3 环境规格

表 I-2 环境规格

项目	规格
工作温度	10~30 °C
相对湿度	20%~80%

5.4 电气规格

表 I-3 电气规格

项目	规格
电压要求	187-253V
频率	50/60Hz
功率	400W

5.5 性能指标

项目	规格
最大操作压力	600psi
流速范围	1 μ L 到 5000 μ L/min
反应池控温范围	室温以上 5 $^{\circ}$ C 至 130 $^{\circ}$ C
反应池控温精度	优于 \pm 0.5 $^{\circ}$ C
反应池容量范围	0.1mL~3.0mL

5.6 功能指标

序号	项目
1	衍生反应池超温保护
2	柱后过压保护，柱后压力超过 500psi 时，自动停泵

3	输液泵漏液报警
4	柱温箱超温保护

附录II. 单位换算

本说明书中和色谱工作中常用的单位如表 II-1 常用单位的英文名和缩写所示：

表 II-1 常用单位的英文名和缩写

名称	英文名称	简写	名称	英文名称	简写
千克	kilogram	kg.	码	yard	yd.
克	gram	g.	英尺	foot	ft.
毫克	milligram	mg.	英寸	inch	in. 或 "
微克	microgramme	μ g.	平方米	square metre	m^2 .
米	metre	m.	平方英尺	square foot	ft^2
厘米	centimetre	cm.	立方米	cubic metre	m^3 .

毫米	millimetre	mm.	立方英尺	cu. ft.	ft ³ .
微米	micrometre	μ m.	毫升	millilitre	ml.
纳米	nanometre	nm.	升	litre	l.
千瓦	kilowatt	kw.	磅	pound	lb.

色谱中常用长度单位的换算如表 II-2 所示：

表 II-2 常用长度单位换算

单位	公制单位			英美制单位	
	米	厘米	毫米	英尺	英寸
米 (m)	1	100	1000	3.2808	39.37
厘米 (cm)	0.01	1	10	0.03281	0.3937
毫米	0.001	0.1	1	0.003281	0.03937
英尺	0.3048	30.48	304.8	1	12
英寸	0.0254	2.54	25.4	0.0833	1

附录III. 典型应用

1. 碘化衍生法测定黄曲霉毒素含量

分析条件:

色谱柱: C18柱 (150 × 4.6 mm, 5 μm)

温度: 42 °C

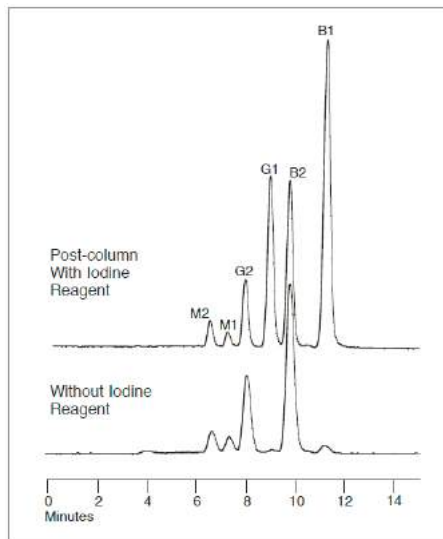
流速: 1.0 mL/min

流动相: 甲醇: 乙腈: 水=22:22:56, 等度

柱后衍生条件:

温度: 90 °C

反应器体积: 1.4 mL



柱后衍生溶液(0.05%碘溶液): 称取0.1 g碘, 溶解于20 mL甲醇后, 加纯水定容至200 mL, 以0.45 μm 的尼龙滤膜过滤, 4°C避光保存。

流速: 0.3 mL/min

检测: 荧光计, 氙灯

λ ex: 365 nm λ em: 430 nm

2. OPA衍生法测定草甘膦类(Glyphosate)除草剂残留

仪器:

- 二元液相
- 荧光检测器
- 钾盐阳离子交换柱, 4.0 x 150 mm
- 钾盐阳离子交换保护柱 3.0 x 20 mm
- SPE 小柱, 阳离子交换

衍生剂:

- 钾盐洗脱液
- 钾盐再生试剂
- 次氯酸盐
- 邻苯二甲醛稀释液 (o-Phthalaldehyde)
- 巯基乙醇 (Thiofluor)
- 邻苯二甲醛
- 5%次氯酸钠溶液
- 二氯甲烷
- 酸性调节剂

液相分析条件

柱温: 55 ℃

进样体积: 100 μL

流速: 0.40 mL/min

流动相: 钾盐洗脱液, 钾盐再生试剂

柱后衍生条件

反应器体积: 0.5 mL

反应器温度: 36 $^{\circ}\text{C}$

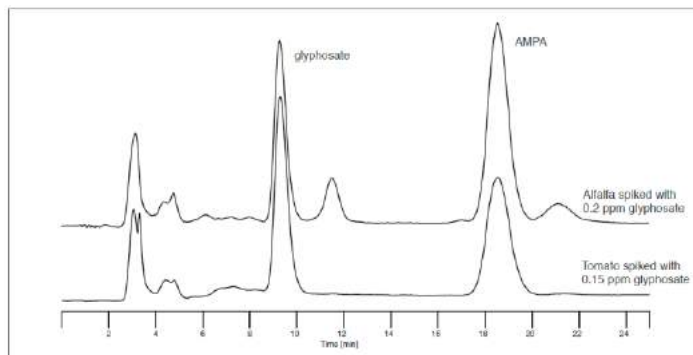
衍生剂 1: 100 μL , 5%次氯酸钠 (NaOCl)

衍生剂 2: 100 mg 邻苯二甲醛(o-Phthalaldehyde)

和 2g 巯基乙醇(Thiofluor)

衍生剂流速: 0.3 mL/min each

检测: 荧光检测器 λ ex: 330nm λ em: 465nm



步骤	时间 (min)	间隔 (min)	钾盐洗脱液 (%)	钾盐再生试剂 (%)	0.40 mL/min
0	0	0	100	0	进样

1	0-15	15	100	0	等度分离
2	15.1-17	1.9	0	100	阶跃变化
3	17.1-25	7.9	100	0	重新平衡

3. 衍生法测定氨基酸

分析条件:

色谱柱: 高效锂盐阳离子交换色谱柱, 4x100mm

锂盐阳离子交换保护柱, 2x20 mm.

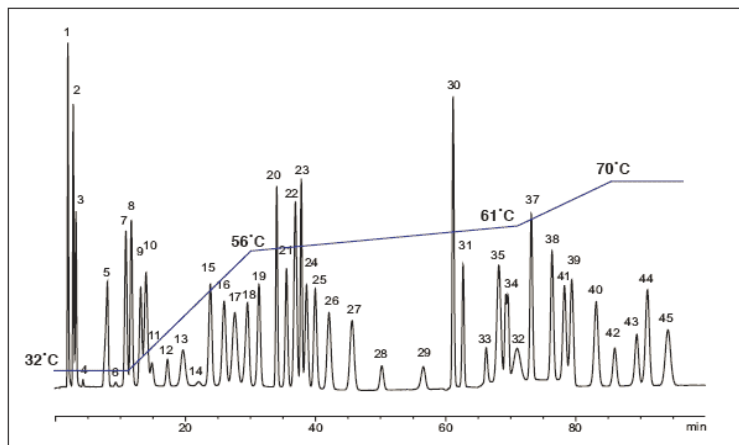
流速: 0.4 mL/min

流动相: Li292, Li365, Li375, RG003

柱后衍生条件:

反应器体积: 0.5 mL

温度: 130 °C



衍生剂: 茚三酮

流速: 0.3 mL/min

检测: UV/VIS 在 570 nm 检测主要的氨基酸

在 440 nm 检测次要的氨基酸

注意:

在这个方法中我们建议使用氨基葡萄糖酸作为内标物。

己氨酸和 α -氨基 - β -胍基丙酸不合作为内标物, 因为它们分别会随着络氨酸和 3-甲基组氨酸一起洗脱出来。

氨基酸校正标准

如需了解欧世盛更多信息，请您访问我们的网站：www.osskj.com

欧世盛（北京）科技有限公司

地址：北京市海淀区安宁庄西三条街雅美科技园 B 座 2020

电话：010-82439598

传真：010-82439598

Emai: osskj@osskj.com

河北欧世盛科技有限公司

地址：河北省文安县北部工业区

电话：0316-5307375/5308055

传真：0316-5302055

Emai: osskj@osskj.com